

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 28 AOUT 2003

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

BEST AVAILABLE COPY

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Important! Remplir impérativement la 2ème page.

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DS 540 W / 190600

| | | | |
|---|----------------------|---|-------|
| REMISE DES PIÈCES DATE 06 SEPT 2002 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0211042 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 06 SEP. 2002 | | 1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE Jean-Paul KEDINGER (92-1126) CABINET MALEMONT 42, avenue du Président Wilson 75116 PARIS | |
| Vos références pour ce dossier (facultatif) 7062F | | | |
| Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie | | | |
| 2 NATURE DE LA DEMANDE | | Cochez l'une des 4 cases suivantes | |
| Demande de brevet | | <input checked="" type="checkbox"/> | |
| Demande de certificat d'utilité | | <input type="checkbox"/> | |
| Demande divisionnaire | | <input type="checkbox"/> | |
| Demande de brevet initiale | | N° _____ Date ____/____/____ | |
| ou demande de certificat d'utilité initiale | | N° _____ Date ____/____/____ | |
| Transformation d'une demande de brevet européen | | <input type="checkbox"/> N° _____ Date ____/____/____ | |
| 3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) "Procédé de purification par nanofiltration d'une solution aqueuse sucrée contenant des anions et cations monovalents et polyvalents" | | | |
| 4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE | | Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» | |
| 5 DEMANDEUR | | <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» | |
| Nom ou dénomination sociale | | APPLEXION | |
| Prénoms | | | |
| Forme juridique | | Société anonyme | |
| N° SIREN | | | |
| Code APE-NAF | | | |
| Adresse | Rue | 264, avenue de la Mauldre | |
| | Code postal et ville | 78680 | EPONE |
| Pays | | France | |
| Nationalité | | Française | |
| N° de téléphone (facultatif) | | | |
| N° de télécopie (facultatif) | | | |
| Adresse électronique (facultatif) | | | |

| | | | |
|--|----------------------|---|-------------------|
| REMISE DES COPIES DATE 06 SEPT 2002 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0211042 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI | | Réservé à l'INPI | DB 540 W / 190600 |
| Vos références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i> | | 7062F | |
| 6 MANDATAIRE | | | |
| Nom | | KEDINGER (92-1126) | |
| Prénom | | Jean-Paul | |
| Cabinet ou Société | | CABINET MALEMONT | |
| N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel | | | |
| Adresse | Rue | 42, avenue du Président Wilson | |
| | Code postal et ville | 75116 | PARIS |
| N° de téléphone <i>(facultatif)</i> | | 01.47.04.68.68 | |
| N° de télécopie <i>(facultatif)</i> | | 01.47.04.68.99 | |
| Adresse électronique <i>(facultatif)</i> | | ip@malemont.com | |
| 7 INVENTEUR (S) | | | |
| Les inventeurs sont les demandeurs | | <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée | |
| 8 RAPPORT DE RECHERCHE | | Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) | |
| Établissement immédiat ou établissement différé | | <input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> | |
| Paiement échelonné de la redevance | | Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non | |
| 9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES | | Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i> <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :</i> | |
| Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes | | | |
| 10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Jean-Paul KEDINGER (92-1126) | | VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI L. MARIELLO | |

La présente invention a pour objet un procédé de purification par nanofiltration d'une solution aqueuse contenant un ou plusieurs sucres, des cations polyvalents et des anions polyvalents minéraux et/ou des anions d'acides organiques.

5 La purification par déminéralisation de produits liquides (tels qu'un sirop de glucose, des jus sucrés ou du lactosérum) au moyen de résines échangeuses d'ions est connue depuis de nombreuses années.

10 Le principe d'une telle déminéralisation est de faire percoler un tel produit liquide à travers une résine cationique et une résine anionique, le contre-ion de la première étant l'ion H^+ et le contre-ion de la seconde l'ion OH^- .

15 En passant sur la résine cationique, les cations du produit liquide sont échangés avec les ions H^+ de la résine et en passant sur la résine anionique, les anions du produit sont échangés avec les ions OH^- de cette résine, les ions H^+ et OH^- ainsi libérés desdites résines s'associant pour donner de l'eau.

20 La régénération des résines ainsi utilisées est réalisée par passage d'un acide sur la résine cationique et d'une base sur la résine anionique et selon les rendements de régénération, les effluents de régénération peuvent contenir jusqu'à 2 à 3 fois la charge minérale extraite du produit liquide traité.

De tels effluents fortement salins constituent indiscutablement une source de nuisance.

25 En résumé, la déminéralisation de liquides contenant des minéraux au moyen de résines échangeuses d'ions impose l'utilisation d'un acide et d'une base pour leur régénération. Outre le coût de ces produits chimiques, cette opération de déminéralisation produit des effluents salins polluants et dont le traitement est onéreux.

30 Par ailleurs, la technique de nanofiltration est couramment utilisée comme moyen de pré-concentration de solutions aqueuses contenant des minéraux. Les ions monovalents de ces minéraux traversent la membrane de nanofiltration et se retrouvent donc pour l'essentiel dans le perméat, tandis que leurs ions polyvalents sont retenus par cette membrane et se retrouvent, pour l'essentiel, 35 concentrés dans le rétentat ; on obtient ainsi un effet de purification par déminéralisation qui reste cependant insuffisant.

Le but de la présente invention est la mise au point d'un procédé de purification économe en énergie et en produits chimiques et limitant la quantité et le nombre d'effluents produits.

L'idée à la base de ce procédé réside dans la modification de la composition ionique, sans déminéralisation, de la solution aqueuse à traiter afin d'améliorer l'effet de déminéralisation d'une nanofiltration mise en oeuvre sur la solution aqueuse ainsi modifiée.

Ainsi, la présente invention concerne un procédé de purification d'une solution aqueuse contenant un ou plusieurs sucres, des cations polyvalents et des anions polyvalents minéraux et/ou des anions d'acides organiques, tels que lactate et citrate, caractérisé en ce qu'il comprend les opérations :

- (a) de substitution d'une partie au moins desdits cations polyvalents et/ou desdits anions polyvalents minéraux et anions d'acides organiques respectivement par des cations monovalents et/ou des anions monovalents pour obtenir une solution aqueuse appauvrie en cations polyvalents et/ou en anions polyvalents minéraux et anions d'acides organiques et contenant lesdits cations monovalents et/ou lesdits anions monovalents, et
- (b) de nanofiltration de la solution résultant de l'opération (a) pour obtenir en tant que rétentat, un jus sucré aqueux enrichi en sucres, en cations polyvalents et en anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques et en tant que perméat, un effluent aqueux contenant l'essentiel des anions et cations monovalents.

L'opération (a) ci-dessus livre une solution aqueuse enrichie en anions et/ou en cations monovalents et fortement appauvrie en cations polyvalents et en anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques.

Au cours de l'opération (b), les sucres de la solution aqueuse issue de l'opération (a) se retrouvent dans le rétentat dans lequel se retrouvent également principalement les cations polyvalents et les anions polyvalents minéraux et/ou les anions d'acides organiques, restants. Quant aux ions monovalents, ils se retrouvent pour l'essentiel dans le perméat.

Il est à noter que grâce à l'opération (a) préalable, qui ne constitue pas en soi une opération de déminéralisation, on augmente dans la solution aqueuse la proportion des ions monovalents par rapport aux ions polyvalents et anions d'acides organiques ce qui entraîne une augmentation du taux de déminéralisation de ladite solution aqueuse au cours de l'opération (b).

Lorsque l'on cherche à éliminer de préférence les cations polyvalents présents dans la solution aqueuse à purifier, l'opération de substitution des cations polyvalents est avantageusement effectuée simultanément à l'opération de substitution des anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques ou encore plus avantageusement effectuée sur la solution aqueuse ayant préalablement subi l'opération de substitution des anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques.

Par ailleurs, lorsque l'on cherche à éliminer de préférence les anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques présents dans la solution aqueuse à purifier, l'opération de substitution des anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques est avantageusement effectuée simultanément à l'opération de substitution des cations polyvalents ou encore plus avantageusement effectuée sur la solution aqueuse ayant préalablement subi l'opération de substitution des cations polyvalents.

Selon un mode de réalisation préférée de l'invention, l'opération (a) de substitution comprend le traitement de la solution aqueuse avec une résine cationique dont le contre-ion est un cation monovalent et/ou avec une résine anionique dont le contre-ion est un anion monovalent.

Par ailleurs, lorsque la solution aqueuse à purifier comprend en outre des cations monovalents et/ou des anions monovalents, le cation monovalent formant le contre-ion de la résine cationique et l'anion monovalent constituant le contre-ion de la résine anionique sont de préférence de même nature que respectivement lesdits cations monovalents et lesdits anions monovalents présents dans la solution aqueuse de départ; ceci évite l'introduction dans le processus d'ions étrangers et rend plus

avantageux, comme on le verra ci-après, les opérations de régénération des résines cationique et anionique susmentionnées.

Selon une caractéristique importante du procédé de la présente invention, ce procédé comprend de préférence également une
5 opération:

(c) de régénération de la résine cationique et/ou anionique, notamment par traitement de celle(s)-ci par le perméat obtenu lors de l'opération (b) de nanofiltration ci-dessus, ce perméat étant préalablement concentré au degré souhaité.

10 En procédant de la sorte, on fait utilisation, pour la régénération, des ions monovalents initialement présents dans la solution aqueuse à purifier ; ceci évite la mise en oeuvre de produits chimiques coûteux extérieurs au procédé et limite la production d'effluents source de nuisance.

15 Selon diverses variantes, le procédé selon l'invention peut en outre comprendre une ou plusieurs des opérations suivantes ou un ou plusieurs des groupes d'opérations suivants :

(d) déminéralisation complémentaire d'une partie au moins du rétentat obtenu par l'opération (b), avec une résine échangeuse de cations dont le contre-ion est H^+ et une
20 résine échangeuse d'anions dont le contre-ion est OH^- , ces résines se chargeant ainsi respectivement en cations et anions résiduels du rétentat, et

(e) régénération d'une part, de ladite résine échangeuse de cations au moyen d'un acide minéral dont l'anion est de même nature que les anions monovalents présents dans la solution aqueuse de départ et d'autre part, de ladite résine échangeuse d'anions au moyen d'une base minérale dont le cation est de même nature que les cations monovalents
25 présents dans la solution aqueuse de départ, ce qui produit des résines échangeuses régénérées et deux effluents de régénération contenant de manière prépondérante des anions et cations monovalents ;

(f) cristallisation d'une partie au moins du rétentat résultant
30 de l'opération (b), pour obtenir du sucre cristallisé et des eaux-mères enrichies en anions et cations monovalents, et
35

(g) chromatographie d'une partie au moins des eaux-mères produites par l'opération (f) de cristallisation, pour obtenir un effluent enrichi en sucre et un raffinat enrichi en anions et cations monovalents ;

5 (h) chromatographie d'une partie au moins du rétentat résultant de l'opération (b), pour obtenir un effluent enrichi en sucre et un raffinat enrichi en anions et cations monovalents ;

10 (i) traitement du perméat résultant de l'opération (b), par osmose inverse ou électrodialyse pour produire de l'eau et une fraction aqueuse enrichie en anions et cations monovalents.

On notera que selon une autre caractéristique du procédé de la présente invention, la résine cationique et/ou la résine anionique
15 peuvent être régénérées par traitement de celle(s)-ci avec au moins l'un des liquides suivants, éventuellement concentrés, combinés au perméat obtenu lors de l'opération (b) : effluents obtenus lors de l'opération (e), eaux-mères obtenues lors de l'opération (f), raffinat obtenu lors de l'opération (g), raffinat obtenu lors de
20 l'opération (h), fraction aqueuse obtenue lors de l'opération (i).

Le procédé selon l'invention peut en particulier être utilisé pour la purification d'un lactosérum, d'un perméat résultant de l'ultrafiltration d'un lactosérum ou d'un jus sucré de betterave, de
25 canne à sucre, de chicorée ou de topinambour, ce lactosérum, perméat ou jus comprenant des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} , des anions Cl^- , des cations Na^+ et K^+ et des anions choisis essentiellement dans le groupe constitué par les anions phosphate et sulfate, les anions issus d'acides organiques et leurs mélanges.

La présente invention est illustrée ci-après, de manière non
30 limitative, par la description d'un exemple de purification, faite en référence à la figure unique qui est la représentation schématique d'une installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

La solution aqueuse soumise à ce procédé est dans l'exemple
35 choisi, un perméat obtenu par ultrafiltration d'un lactosérum. Un tel perméat comprend pour l'essentiel du lactose, des acides organiques et des minéraux (en particulier des cations, Na^+ , K^+ , Ca^{2+} ,

Mg^{2+} , des anions Cl^- et phosphate et des anions d'acides organiques, tels que citrate et lactate).

Ce perméat est amené par un conduit 1 à l'entrée d'une colonne 2 garnie d'une résine anionique forte (AF), puis de la sortie de cette colonne 2 par un conduit 3 à l'entrée d'une colonne 4 garnie d'une résine cationique forte (CF).

La résine cationique forte est sous la forme Na^+ ou K^+ , c'est-à-dire que son contre-ion est l'ion Na^+ ou K^+ ; la résine anionique forte est sous la forme Cl^- , c'est-à-dire que son contre-ion est l'ion Cl^- .

On notera qu'en variante, ces deux résines pourraient être utilisées en mélange, auquel cas une seule colonne serait suffisante.

Lors du passage du perméat sur la résine anionique, il échange ses anions polyvalents minéraux (phosphate) et anions d'acides organiques (lactate, citrate) avec les ions Cl^- de la résine ; lors de son passage sur la résine cationique, il échange ses cations polyvalents (Ca^{2+} , Mg^{2+}) avec les ions Na^+ ou K^+ de la résine.

Le perméat se trouve ainsi débarrassé d'une partie substantielle de ses cations et anions polyvalents minéraux et de ses anions d'acides organiques, lesquels cations et anions ont été remplacés par des cations et anions monovalents ; ce perméat contient donc pour l'essentiel du lactose, des ions Na^+ , K^+ et Cl^- , des cations Ca^{2+} , Mg^{2+} résiduels, des anions phosphate résiduels et des anions d'acides organiques résiduels.

La solution aqueuse issue de la colonne 4 est ensuite amenée par un conduit 5 dans un appareil de nanofiltration 6 comportant une ou des membranes de nanofiltration perméables aux ions monovalents mais retenant le lactose, les ions polyvalents et les ions d'acides organiques.

Ainsi, sont issus de l'appareil 6 :

- d'une part, par le conduit 7 un perméat enrichi en ions Cl^- , Na^+ et K^+ , et

- d'autre part, par le conduit 8 un rétentat enrichi en lactose et en anions phosphate, anions issus d'acides organiques et cations Ca^{2+} et Mg^{2+} , résiduels ; ce rétentat contient en outre, une faible quantité d'ions Na^+ , K^+ et Cl^- .

Par ailleurs, le conduit 8 est raccordé à une unité de déminéralisation du rétentat de la nanofiltration, unité dans laquelle est traitée une partie de ce rétentat.

Cette unité comprend une colonne 9 garnie d'une résine échangeuse de cations dont le contre-ion est H^+ suivie en série par une colonne 10 garnie d'une résine échangeuse d'anions dont le contre-ion est OH^- .

Sur la résine échangeuse de cations est retenue une partie substantielle des cations monovalents (Na^+ , K^+) et des cations polyvalents Ca^{2+} et Mg^{2+} résiduels ; sur la résine échangeuse d'anions est retenue une partie substantielle des anions Cl^- , des anions phosphate et des anions d'acides organiques (lactate, citrate) résiduels.

A la sortie de la colonne 10, on dispose donc d'une solution aqueuse sucrée pratiquement totalement déminéralisée.

Par ailleurs, une partie du rétentat de nanofiltration peut être soumis à une cristallisation. A cet effet, une dérivation 11 est prévue sur le conduit 8, cette dérivation 11 aboutissant dans une unité de cristallisation 12 où est produit du lactose cristallisé et des eaux-mères contenant la plupart des minéraux (notamment Na^+ , K^+ et Cl^-).

Si on le souhaite, une partie au moins de ces eaux-mères peuvent être soumises à une chromatographie dans une colonne de chromatographie 13 pour obtenir d'une part, un effluent enrichi en lactose et un raffinat enrichi en minéraux (essentiellement Na^+ , K^+ et Cl^-).

En outre, une autre partie du rétentat de nanofiltration peut être soumis à une chromatographie. A cet effet, une seconde dérivation 14 est prévue sur le conduit 8, cette dérivation aboutissant à l'entrée d'une colonne de chromatographie 15. On extrait de cette dernière, d'une part un effluent enrichi en lactose et d'autre part un raffinat enrichi en minéraux (essentiellement Na^+ , K^+ et Cl^-).

On notera que la résine échangeuse de cations garnissant la colonne 9 peut être régénérée par de l'acide chlorhydrique amené par un conduit 16 en tête de cette colonne 9. Les ions H^+ de cet acide se substituent aux cations monovalents Na^+ et K^+ et cations polyvalents

Ca^{2+} , Mg^{2+} qui ont été retenus sur cette résine lors du passage sur celle-ci du rétentat de nanofiltration. Il en résulte un premier effluent de régénération extrait par un conduit 17 et contenant des ions H^+ (HCl en excès), Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} et Cl^- .

5 De même, la résine échangeuse d'anions garnissant la colonne 10 peut être régénérée par une solution aqueuse de soude amenée par un conduit 18. Les ions OH^- de la soude se substituent aux anions Cl^- , phosphate, lactate et citrate qui ont été retenus sur cette résine lors du passage sur celle-ci du rétentat de nanofiltration issue de
10 la colonne 9. Il en résulte un deuxième effluent de régénération extrait de la colonne 10 par un conduit 19 et contenant des ions Cl^- , phosphate, lactate et citrate, Na^+ et OH^- (soude en excès).

Les premier et deuxième effluents de régénération sont ensuite réunis par un conduit 20 et reçus dans un bac 21.

15 On ajoutera que le perméat de nanofiltration évacué par le conduit 7 peut être traité dans une unité d'osmose inverse 22 pour obtenir d'une part de l'eau extrait par le conduit 23 et d'autre part, une fraction aqueuse (évacuée par le conduit 24) concentrée en ions Na^+ , K^+ et Cl^- .

20 Comme cela ressort de ce qui précède, on dispose de toute une gamme de liquides produits au cours du procédé et avantageusement utilisables, éventuellement après concentration, pour la régénération de la résine cationique forte et la résine anionique forte garnissant les colonnes 2 et 4.

25 Il s'agit :

- d'une fraction du perméat de nanofiltration évacuée par le conduit 7,

- de la fraction aqueuse saline évacuée de l'unité d'osmose inverse par le conduit 24,

30 - d'une fraction du rétentat de nanofiltration,

- des eaux-mères issue de l'unité de cristallisation 12,

- des raffinats issus des unités de chromatographie 13 et 15,

- des effluents de régénération reçus dans le bac 21.

35 On précisera que selon la teneur en cations et anions monovalents Na^+ , K^+ et Cl^- de ces différents liquides utilisables pour la régénération des résines des colonnes 2 et 4, cette régénération pourra être effectuée soit en série, soit en parallèle.

On notera cependant que la régénération en parallèle est particulièrement préférée car elle évite tout risque de précipitation de sels insolubles tels que le phosphate de calcium, sur la résine cationique forte présente dans la colonne 4.

Cependant, la régénération en série des deux résines est possible sous réserve de contrôler le pH pour éviter tout risque de précipitation dans les résines.

Un liquide parfaitement adapté à une régénération en parallèle est constitué par les effluents reçus dans le bac 21 qui sont fortement chargés en ions Na^+ , K^+ et Cl^- provenant pour une partie non négligeable de l'acide chlorhydrique et de la soude utilisés pour la régénération des résines garnissant les colonnes 9 et 10.

Par ailleurs, le tableau ci-après montre l'influence du type de décalcification préalable à la nanofiltration, sur la performance de cette nanofiltration, le liquide traité étant un perméat résultant l'ultrafiltration d'un lactosérum (dénommé perméat de lactosérum dans ce tableau), le facteur de concentration de la nanofiltration étant de 4 et la membrane de nanofiltration étant du type DESAL 5 de la société américaine OSMONICS.

Tableau

| | Perméat de lactosérum | Rétentat de nanofiltration | | |
|--|-----------------------------|----------------------------|------|------------|
| | | Témoin | CF | AF puis CF |
| matière sèche (g/l) | 50,0 | 187 | 187 | 187 |
| cations totaux (éq./kg de matière sèche) | 1,7 | 1,22 | 1,14 | 0,90 |
| taux de réduction globale des cations (%) | | 28 | 33 | 47 |

Témoin : absence totale de décalcification avant la nanofiltration.

CF: décalcification par passage sur une résine cationique forte (SR1 LNA de la société américaine Rohm and Haas).

AF puis CF: décalcification par passage en série sur une résine anionique forte (IRA 458 de la société américaine Rohm and Haas) puis sur une résine cationique forte.

Les données contenues dans ce tableau montre que le taux de réduction globale des cations est augmenté lorsque utilisation est

faite du système CF seul et particulièrement augmenté lorsque utilisation est faite du système AF-CF ; ce tableau montre donc la forte influence sur les performances de la nanofiltration d'une réduction préalable de la teneur en cations polyvalents, en anions polyvalents minéraux et en anions d'acides organiques aptes à former des complexes avec lesdits cations polyvalents.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de purification par nanofiltration d'une solution aqueuse contenant un ou plusieurs sucres, des cations polyvalents et des anions polyvalents minéraux et/ou des anions d'acides organiques, caractérisé en ce qu'il comprend les opérations :

(a) de substitution d'une partie au moins desdits cations polyvalents et/ou desdits anions polyvalents minéraux et anions d'acides organiques respectivement par des cations monovalents et/ou des anions monovalents, pour obtenir une solution aqueuse appauvrie en cations polyvalents et/ou en anions polyvalents minéraux et anions d'acides organiques et contenant lesdits cations monovalents et anions monovalents, et

(b) de nanofiltration de la solution résultant de l'opération (a) pour obtenir en tant que rétentat, un jus sucré aqueux enrichi en sucres, en cations polyvalents et en anions polyvalents minéraux et/ou en anions d'acides organiques et en tant que perméat, un effluent aqueux enrichi en anions et cations monovalents.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'opération de substitution des cations polyvalents est effectuée simultanément à l'opération de substitution des anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques ou effectuée sur la solution aqueuse ayant subi préalablement l'opération de substitution des anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'opération de substitution des anions polyvalents minéraux et/ou anions d'acides organiques est effectuée simultanément à l'opération de substitution des cations polyvalents ou effectuée sur la solution aqueuse ayant préalablement subi l'opération de substitution des cations polyvalents.

4. Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que l'opération (a) de substitution comprend le traitement de la solution aqueuse avec une résine cationique dont le contre-ion est

un cation monovalent et/ou avec une résine anionique dont le contre-ion est un anion monovalent.

5. Procédé selon la revendication 4, dans lequel la solution aqueuse à purifier comprend en outre des cations monovalents et/ou des anions monovalents, caractérisé en ce que le cation monovalent formant le contre-ion de la résine cationique et l'anion monovalent constituant le contre-ion de la résine anionique sont de même nature que respectivement lesdits cations monovalents et lesdits anions monovalents présents dans la solution aqueuse de départ.

6. Procédé selon la revendication 4 ou 5, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une opération :

(c) de régénération de la résine cationique et/ou de la résine anionique.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'opération (c) de régénération comprend le traitement de la résine cationique et/ou de la résine anionique avec le perméat obtenu lors de l'opération (b) de nanofiltration, après concentration de celui-ci au degré souhaité.

8. Procédé selon l'une des revendications 4 à 7, caractérisé en ce qu'il comprend en outre les opérations :

(d) de déminéralisation complémentaire d'une partie au moins du rétentat obtenu par l'opération (b), avec une résine échangeuse de cations dont le contre-ion est H^+ et une résine échangeuse d'anions dont le contre-ion est OH^- , ces résines se chargeant ainsi respectivement en cations et anions résiduels du rétentat, et

(e) de régénération d'une part, de ladite résine échangeuse de cations au moyen d'un acide minéral dont l'anion est de même nature que les anions monovalents présents dans la solution aqueuse de départ et d'autre part, de ladite résine échangeuse d'anions au moyen d'une base minérale dont le cation est de même nature que les cations monovalents présents dans la solution aqueuse de départ, ce qui produit des résines échangeuses régénérées et deux effluents de régénération contenant de manière prépondérante des anions et cations monovalents.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'opération :

(f) de cristallisation d'une partie au moins du rétentat résultant de l'opération (b), pour obtenir du sucre cristallisé et des eaux-mères enrichies en anions et cations monovalents.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'opération :

(g) de chromatographie d'une partie au moins des eaux-mères produites par l'opération (f) de cristallisation, pour obtenir un effluent enrichi en sucre et un raffinat enrichi en anions et cations monovalents.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'opération :

(h) de chromatographie d'une partie au moins du rétentat résultant de l'opération (b), pour obtenir un effluent enrichi en sucre et un raffinat enrichi en anions et cations monovalents.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'opération :

(i) de traitement du perméat résultant de l'opération (b), par osmose inverse ou électrodialyse pour produire de l'eau et une fraction aqueuse enrichie en anions et cations monovalents.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 12, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'opération :

de régénération de la résine cationique et/ou de la résine anionique par traitement de celle(s)-ci avec au moins l'un des liquides suivants, éventuellement concentrés, combinés au perméat obtenu lors de l'opération (b) : effluents obtenus lors de l'opération (e), eaux-mères obtenues lors de l'opération (f), raffinat obtenu lors de l'opération (g), raffinat obtenu lors de l'opération (h), fraction aqueuse obtenue lors de l'opération (i).

14. Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, pour la purification d'un lactosérum, d'un perméat résultant de l'ultrafiltration d'un lactosérum ou d'un

jus sucré de betterave, de canne à sucre, de chicorée ou de topinambour, ce lactosérum, perméat ou jus comprenant des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} , des anions Cl^- , des cations Na^+ et K^+ et des anions choisis essentiellement dans le groupe constitué par les anions phosphate et sulfate, les anions issus d'acides organiques et leurs mélanges.

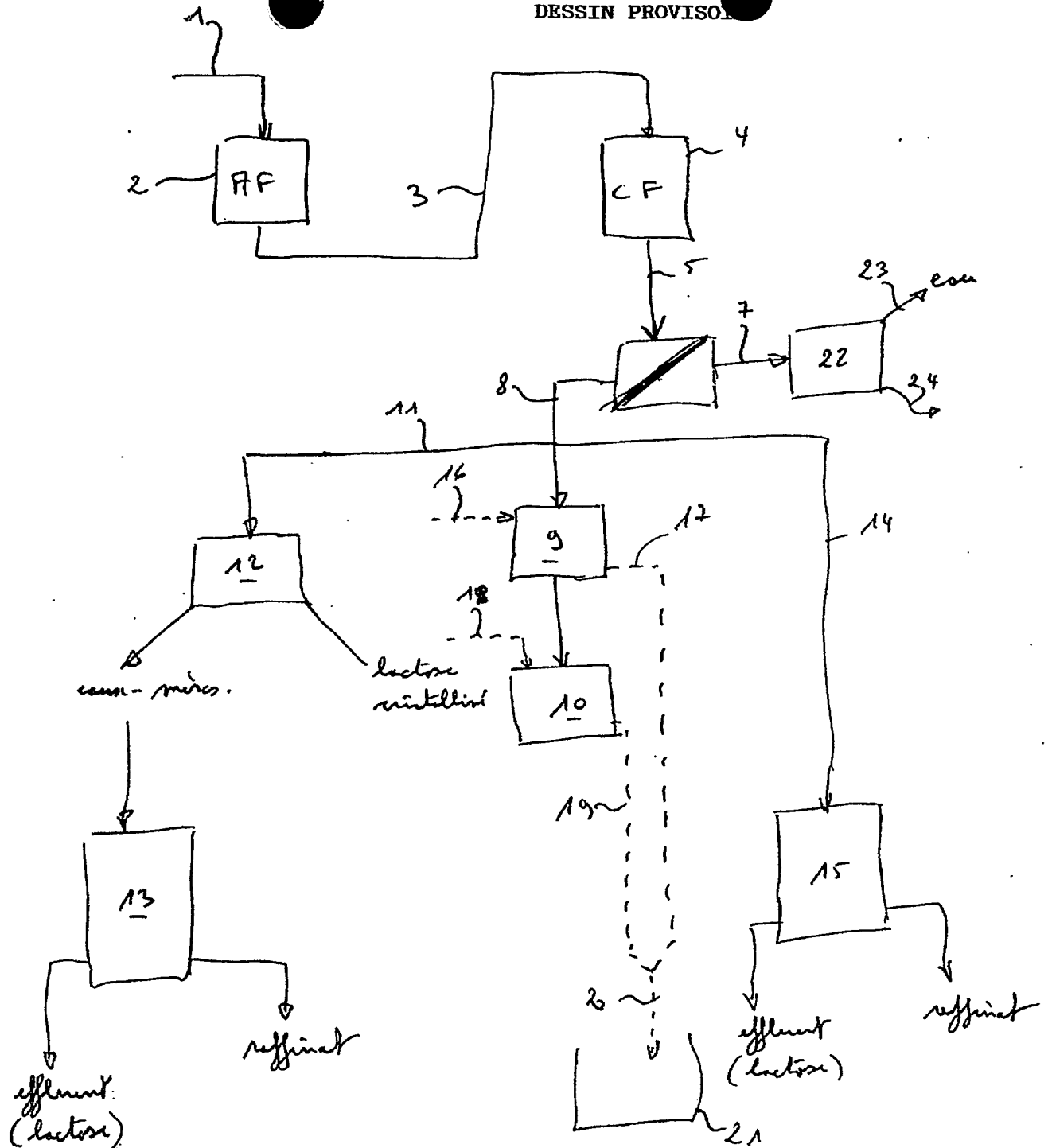


Figure 1000

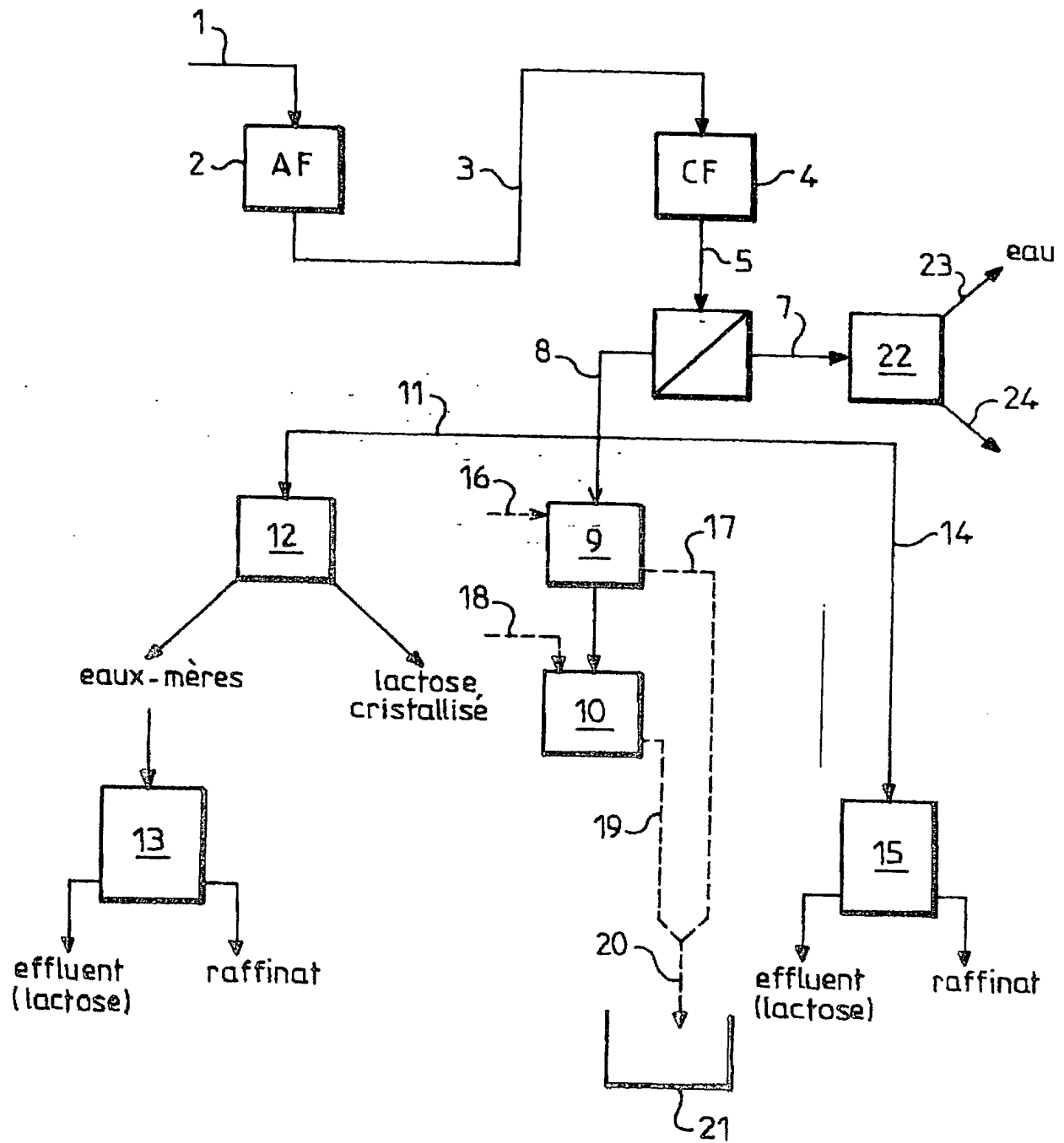


Figure unique

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.. / 1..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

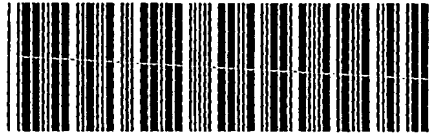
08 113 W / 260899

| | | | |
|--|-----------------------------|---------------------|-------|
| Vos références pour ce dossier (facultatif) | | 7062F | |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL | | 0211012 | |
| TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) "Procédé de purification par nanofiltration d'une solution aqueuse sucrée contenant des anions et cations monovalents et polyvalents" | | | |
| LE(S) DEMANDEUR(S) : CABINET MALEMONT - 42, avenue du Président Wilson - 75116 PARIS agissant en qualité de mandataire de : APPLEXION 264, avenue de la Mauldre 78680 EPONE France | | | |
| DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). | | | |
| Nom | | THEOLEYRE | |
| Prénoms | | Marc-André | |
| Adresse | Rue | 14, rue Montecristo | |
| | Code postal et ville | 75020 | PARIS |
| Société d'appartenance (facultatif) | | | |
| Nom | | | |
| Prénoms | | | |
| Adresse | Rue | | |
| | Code postal et ville | | |
| Société d'appartenance (facultatif) | | | |
| Nom | | | |
| Prénoms | | | |
| Adresse | Rue | | |
| | Code postal et ville | | |
| Société d'appartenance (facultatif) | | | |
| DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Paris, le 6 septembre 2002 Jean-Paul Kédinger (92-1 26) | | | |

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

PCT Application

FR0302592



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.